

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-279359

⑬ Int. Cl.⁵

C 07 D 213/53
A 01 N 47/44

識別記号

庁内整理番号

6701-4C
6779-4H

⑭ 公開 平成3年(1991)12月10日

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全11頁)

⑮ 発明の名称 ニトログアニジン誘導体、それらの製造方法及びそれらを含む有害生物防除剤

⑯ 特 願 平2-77220

⑰ 出 願 平2(1990)3月27日

⑱ 発 明 者 芳 賀 隆 弘 滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号 石原産業株式会社中央研究所内

⑲ 発 明 者 土 岐 忠 昭 滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号 石原産業株式会社中央研究所内

⑳ 発 明 者 小 柳 徹 滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号 石原産業株式会社中央研究所内

㉑ 出 願 人 石原産業株式会社 大阪府大阪市西区江戸堀1丁目3番22号
最終頁に続く

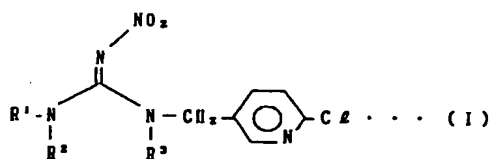
明 細 書

1. 発明の名称

ニトログアニジン誘導体、それらの製造方法及びそれらを含む有害生物防除剤

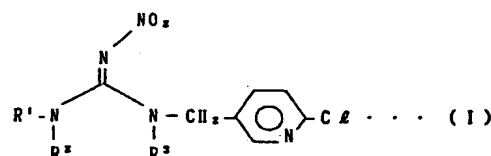
2. 特許請求の範囲

1. 一般式(I)



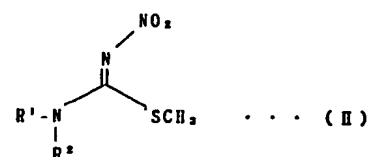
(式中、 R^1 、 R^2 及び R^3 はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基又はアシル基であり、但し、 R^1 、 R^2 及び R^3 のいずれか1つがアシル基の場合、他の2つは水素原子又はアルキル基である)で表わされるニトログアニジン誘導体又はそれらの塩。

2. 一般式(I)



(式中、 R^1 、 R^2 及び R^3 はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基又はアシル基であり、但し、 R^1 、 R^2 及び R^3 のいずれか1つがアシル基の場合、他の2つは水素原子又はアルキル基である)で表わされるニトログアニジン誘導体又はそれらの塩を有効成分として含有することを特徴とする有害生物防除剤。

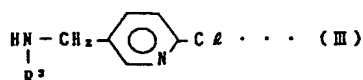
3. 一般式(II)



(式中、 R^1 及び R^2 はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基又はアシル基であり、但し、 R^1 及び R^2 は同時にアシル基でない)で表わされる

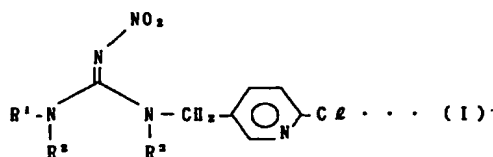
化合物と

一般式 (III)



(式中 R^3 は水素原子、アルキル基又はアシル基であり、但し、 R^1 又は R^2 のどちらか一方がアシル基の場合、 R^3 は水素原子又はアルキル基である) で表わされる化合物とを反応させることを特徴とする

一般式 (I)

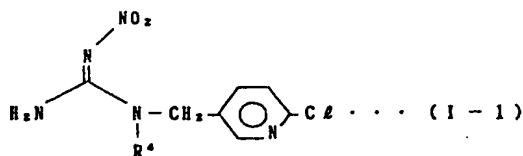


(式中、 R^1 、 R^2 及び R^3 は前述の通りである) で表わされるニトログアニジン誘導体又はそれらの塩の製造方法。

4. 一般式 (I-1)

の製造方法。

5. 一般式 (I-1)



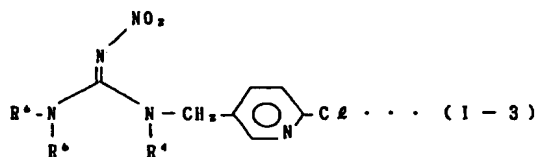
(式中、 R^4 はアルキル基又はアシル基である) で表わされる化合物と、

一般式 (V)

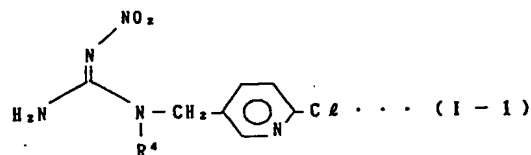
 $\text{R}^4-\text{X} \cdots \cdots \text{(V)}$

(式中、 R^4 はアルキル基であり、 X は脱離基である) で表わされる化合物とを反応させることを特徴とする

一般式 (I-3)



(式中、 R^4 及び R^5 は前述の通りである) で表



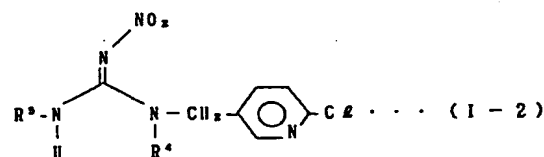
(式中、 R^4 はアルキル基又はアシル基である) で表わされる化合物と、

一般式 (IV)

 $\text{R}^5-\text{X} \cdots \cdots \text{(IV)}$

(式中、 R^5 はアルキル基又はアシル基であり、 X は脱離基であり、但し、 R^4 がアシル基の場合、 R^5 はアシル基でない) で表わされる化合物とを反応させることを特徴とする

一般式 (I-2)



(式中、 R^4 及び R^5 は前述の通りである) で表わされるニトログアニジン誘導体又はそれらの塩

わされるニトログアニジン誘導体又はそれらの塩の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、新規なニトログアニジン誘導体、それらの製造方法及びそれらを含有する有害生物防除剤に関する。

(先行技術及び発明に至った経緯)

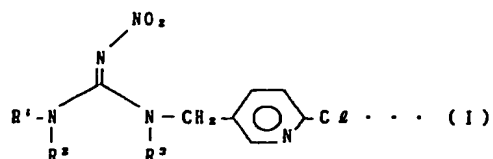
特開昭64-70468号、特開平2-171号などには、1-ニトロ-2,2-ジアミノエチレン誘導体が、特開昭64-47766号、特開昭64-70467号などにはシアノグアニジン誘導体が、そして特開昭63-156786号などには2-ニトロイミノイミダゾリジン誘導体が、殺虫剤などの有効成分として有用である旨開示されている。しかしながら、そこには、一般式 (I) で表わされる本発明のニトログアニジン誘導体は開示されていない。

(発明の開示)

本発明は、次記一般式 (I) で表わされるニトログアニジン誘導体又はそれらの塩、それらの製

造方法及びそれらを含む有害生物防除剤に関する。

一般式 (I)



(式中、 R^1 、 R^2 及び R^3 はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基又はアシル基であり、但し、 R^1 、 R^2 及び R^3 のいずれか1つがアシル基の場合、他の2つは水素原子又はアルキル基である)

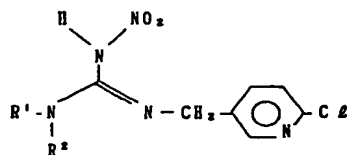
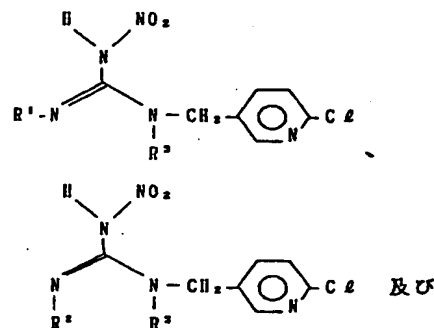
前記一般式 (I) 中、 R^1 、 R^2 及び R^3 が表わすアルキル基としては炭素数1~6のもの、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基などが挙げられ、 R^1 、 R^2 及び R^3 が表わすアシル基としては、ホルミル基；アセチル基、プロピオニル基、ブチリル基、バレリル基、ヘキサノイル基のようなアルキルカルボニル基；ベンゾイル基などが挙げられ、前述のアルキル基及びアルキルカルボニル基は、直鎖

又は枝分れ脂肪鎖の構造異性のものも含む。

前記一般式 (I) で表わされる化合物の塩としては、酸性物質との塩が挙げられ、例えば、塩酸塩、臭化水素酸塩、リン酸塩、硫酸塩、硝酸塩のような無機酸塩などが挙げられる。

前記一般式 (I) で表わされる化合物には、E体、Z体の異性体が存在するが、本発明にはE体、Z体及びそれらの混合物も包含される。

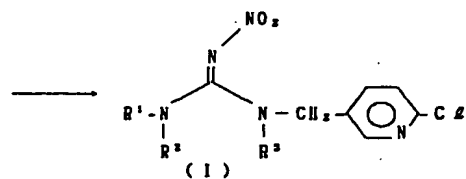
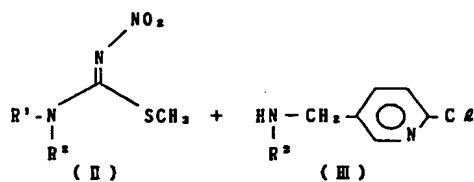
本発明は、前記一般式 (I) 中、 R^1 、 R^2 又は R^3 の少なくとも1つが水素原子である場合に、



で表わされる互変異性体を表わす化合物をも含む。

前記一般式 (I) で表わされる化合物は、例えば次の反応工程 a の方法によって製造できる。

(反応工程 a)



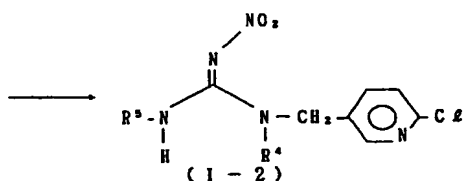
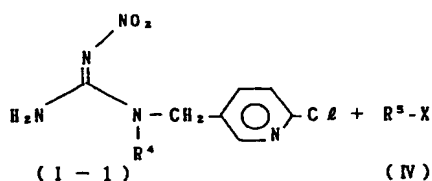
(式中、 R^1 、 R^2 及び R^3 は前述の通りである)

反応工程 a は通常溶媒の存在下で行なわれる。溶媒としては例えば、水；メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、t-ブタノールのようなアルコール類；ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシドのような非プロトン性極性溶媒；などが挙げられ、これらを混合して使用することもできる。

反応工程 a の反応温度は通常30~150℃、望ましくは50~100℃であり、反応時間は1~24時間、望ましくは2~12時間である。

前記一般式 (I) 中、 R^1 及び R^2 のどちらか一方が水素原子で、他方がアルキル基又はアシル基であり、かつ R^3 がアルキル基又はアシル基である化合物は、例えば次の反応工程 b の方法によっても製造することができる。

(反応工程 b)



(式中、 R^4 及び R^3 はそれぞれ独立してアルキル基又はアシル基であり、 X は脱離基であり、但し、 R^4 がアシル基の場合、 R^3 はアシル基ではない)

前記一般式 (IV) において X が表わす脱離基としては、ハロゲン原子、 $-\text{SO}_2\text{---Y}$ 基 (Y はアルキル基である)、 $-\text{SO}_2\text{---Z}$ 基 (Z はアルキル基又はフェニル基である) などが挙げられる。

反応工程 b は通常塩基及び溶媒の存在下で行な

われる。塩基としては例えば、水素化ナトリウム、水素化カリウムのようなアルカリ金属の水素化物；水酸化ナトリウム、水酸化カリウムのようなアルカリ金属の水酸化物；トリエチルアミンのような第三級アミン；ピリジンなどが挙げられ、溶媒としてはアセトニトリル、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシドのような非プロトン性極性溶媒などが挙げられ、これら溶媒については2種以上のものを混合して使用することができる。反応工程 b の反応温度は通常 $-30 \sim 80^\circ\text{C}$ で、望ましくは $0 \sim 30^\circ\text{C}$ であり、反応時間は $0.5 \sim 24$ 時間、望ましくは $1 \sim 12$ 時間である。

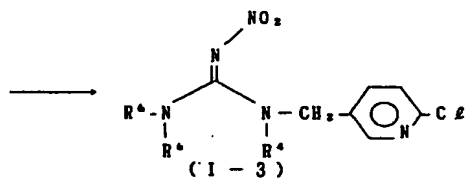
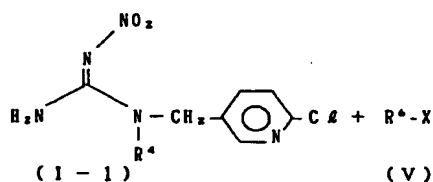
又、反応工程 b の原料の一般式 (I-1) で表わされる化合物及び一般式 (IV) で表わされる化合物の使用量は一般式 (I-1) で表わされる化合物 1 モルに対し、一般式 (IV) で表わされる化合物は $0.9 \sim 1.2$ モルである。

又、前記一般式 (I-1) で表わされる化合物も、前述のように互変異性体を含む。

前記一般式 (I) 中、 R^1 及び R^2 が同時に同

一のアルキル基を有し、かつ R^3 がアルキル基又はアシル基である化合物は、例えば次の反応工程 c の方法によっても製造することができる。

(反応工程 c)



(式中、 R^4 及び X は前述の通りであり、 R^3 はアルキル基である)

反応工程 c は通常塩基及び溶媒の存在下で行なわれる。塩基及び溶媒としては前記反応工程 b で用いられるものと同様のものが挙げられる。又、

反応工程 c の反応温度及び反応時間も前記反応工程 b と同様である。

又、反応工程 c の原料の一般式 (I-1) で表わされる化合物及び一般式 (V) で表わされる化合物の使用量は一般式 (I-1) で表わされる化合物 1 モルに対し、一般式 (V) で表わされる化合物は 1.8 モル以上である。

次に本発明化合物の具体的合成例の一例を記載する。

合成例 1

1-(6-クロロ-3-ピリジルメチル)-1-メチル-2-ニトログアニジン (化合物 No 1) の合成

N,S-ジメチル-N'-ニトロイソチオ尿素 2.46 g と N-(6-クロロ-3-ピリジルメチル)-N-メチルアミン 2.85 g とをエタノール 15 ml に加えた後、還流下で 12 時間反応させた。反応終了後、反応溶液を冷却し、析出した結晶を濾取後、冷エタノールで洗浄することにより、融点 $156.7 \sim 157.2^\circ\text{C}$ の目的物 (化合物 No 1)

2.1 gを得た。

合成例 2

1-(6-クロロ-3-ピリジルメチル)-
1,3,3-トリメチル-2-ニトロ-グアニジン
(化合物No 2)の合成

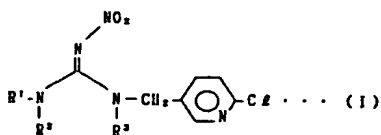
前記合成例1で得られた、1-(6-クロロ-
3-ピリジルメチル)-1-メチル-2-ニトロ-
グアニジン(化合物No 1) 1.0 gをジメチルホル
ムアミド10 mlに溶解させた後、そこへ氷冷
下に水素化ナトリウム(60%オイル懸濁物)
0.34 gを徐々に加えた。水素ガスの発生が終結し
た後、ヨウ化メチル0.5 mlを、引き続き氷冷下で、
徐々に滴下した。滴下終了後、溶液温度を室温に
戻して、さらに2時間攪拌を続けた。反応終了後、
ジメチルホルムアミドを減圧下で留去した後、残
渣に、酢酸エチルと水とを加えて抽出を行なった。
有機層を、無水硫酸マグネシウムで乾燥後、酢酸
エチルを減圧下で留去し、得られた残渣を、シリ
カゲルクロマトグラフィー(溶離液: 酢酸エチル
/メタノール=85/15)で精製することによ

り、屈折率 n_D^{20} 1.5819の目的物(化合物No 2)
0.22 gを得た。


次に前記一般式(1)で表わされる化合物の代
表例を第1表に記載する。

以下余白

第 1 表



化合物No	R ¹	R ²	R ³	物 性
1	H	H	CH ₃	融点156.7~157.2℃
2	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n_D^{20} 1.5819
3	CH ₃	H	CH ₃	融点129.1~130.1℃
4	CH ₃	CH ₃	H	融点157.6~158.0℃
5	CH ₃	H	C ₂ H ₅	
6	CH ₃ CO-	H	CH ₃	無定形固体
7	CH ₃ CO-	CH ₃	CH ₃	n_D^{20} 1.3578
8	CH ₃	H	H	融点147.0~152.0℃
9	C ₂ H ₅	H	CH ₃	—
10	n-C ₃ H ₇	H	H	—
11	iso-C ₃ H ₇	H	CH ₃	—
12	n-C ₄ H ₉	H	H	—
13	iso-C ₄ H ₉	H	CH ₃	—
14	sec-C ₄ H ₉	H	H	—
15	tert-C ₄ H ₉	H	CH ₃	—

化合物No	R ¹	R ²	R ³	物 性
16	CH ₃	CH ₃	CH ₃ CO-	—
17	 CO-	H	CH ₃	—
18	n-C ₄ H ₉ CO-	H	CH ₃	—
19	HC(O)-	CH ₃	CH ₃	—

化合物No 6のNMRスペクトルデータ

¹H-NMR(CDC₃) : δ = 2.23 (s, 3H, COCH₃) ;
3.00 (s, 3H, NCH₃) ; 4.70 (s, 2H, CH₂) ;
7.30 (d, 1H, J = 7.8 Hz) ; 7.74 (d, 1H, J = 7.8 Hz) ;
8.30 (d, 1H, J = 2.0 Hz) ; 9.80 (broad, 1H)

本発明化合物は有害生物防除剤の有効成分として優れた活性を示す。

例えば、ナミハダニ、ニセナミハダニ、ミカンハダニ、ネダニなどのような植物寄生性ダニ類、コナガ、ヨトウムシ、ハスモンヨトウ、コドリガ、ボールワーム、タバコバッドワーム、マイマイガ、コロラドハムシ、ウリハムシ、ボールウィービル、アブラムシ類、ウンカ類、ヨコバイ類、カイガラムシ類、カメムシ類、コナジラミ類、アザミウマ類、バッタ類、ハナバエ類、コガネムシ類、タマナヤガ、カブラヤガ、アリ類などのような農業害虫類、イエダニ、ゴキブリ類、イエバエ、アカイエカのような衛生害虫類、バクガ、アズキゾウムシ、コクヌストモドキ、ゴミムシダマシ類などのような貯蔵害虫類、イガ、ヒメカツオブシムシ、シロアリ類などのような衣類、家屋害虫類、その他家畜などに寄生するノミ類、シラミ類、ハエ類などに対しても有効であり、更にはネコブセンチュウ類、シストセンチュウ類、ネグサレセンチュウ類、イネシガラセンチュウ、イチゴメセ

ンチュウ、マツノザイセンチュウなどのような植物寄生性線虫類に対しても有効である。また、土壌害虫類に対しても有効である。ここに言う土壌害虫としては、ナメクジ、マイマイのような腹足類、ダンゴムシ、ワラジムシなどのような等脚類などがあげられる。更にジコホル（商品名：武田薬品工業製）及び有機リン剤抵抗性の植物寄生性ダニ類、有機リン剤抵抗性のアブラムシ類、イエバエなどの害虫に対しても有効である。さらに本発明化合物は、優れた浸透移行性を有していることから、本発明化合物を土壌に処理することによって土壌有害昆虫類、ダニ類、線虫類、腹足類、等脚類の防除と同時に茎葉部の害虫類をも防除することができる。

本発明化合物を有害生物防除剤の有効成分として使用するに際しては、従来の農薬の製剤の場合と同様に農薬補助剤と共に乳剤、粉剤、粒剤、水和剤、液剤、エアゾール剤、ペースト剤などの種々の形態に製剤することができる。これらの配合割合は通常有効成分0.5～90重量部で農薬補助

剤10～99.5重量部である。これらの製剤の実際の使用に際しては、そのまま使用するか、または水等の希釈剤で所定濃度に希釈して使用することができる。

ここにいう農薬補助剤としては、担体、乳化剤、懸濁剤、分散剤、展着剤、浸透剤、湿潤剤、増粘剤、安定剤などが挙げられ、必要により適宜添加すればよい。担体としては、固体担体と液体担体に分けられ、固体担体としては、澱粉、活性炭、大豆粉、小麦粉、木粉、魚粉、粉乳などの動植物性粉末、タルク、カオリン、ベントナイト、炭酸カルシウム、ゼオライト、珪藻土、ホワイトカーボン、クレー、アルミナ、硫黄粉末などの鉱物性粉末などが挙げられ、液体担体としては、水、メチルアルコール、エチレングリコールなどのアルコール類、アセトン、メチルエチルケトンなどのケトン類、ジオキサソ、テトラヒドロフランなどのエーテル類、ケロシン、灯油などの脂肪族炭化水素類、キシレン、トリメチルベンゼン、テトラメチルベンゼン、シクロヘキサン、ソルベントナ

フサなどの芳香族炭化水素類、クロロホルム、クロロベンゼンなどのハロゲン化炭化水素類、ジメチルホルムアミドなどの酸アミド類、酢酸エチルエステル、脂肪酸のグリセリンエステルなどのエステル類、アセトニトリルなどのニトリル類、ジメチルスルホキシドなどの含硫化合物類などが挙げられる。

また、必要に応じて他の農薬、例えば殺虫剤、殺ダニ剤、殺線虫剤、殺菌剤、抗ウイルス剤、誘引剤、除草剤、植物生長調整剤などと混用、併用することができ、この場合に一層優れた効果を示すこともある。

例えば、殺虫剤、殺ダニ剤、或いは殺線虫剤としては、O-(4-プロモ-2-クロロフェニル) O-エチルS-プロピルホスホロチオエート、2,2-ジクロロビニル、ジメチルホスフェート、エチル3-メチル-4-(メチルチオ)フェニルイソプロピルホスホロアミデート、0,0-ジメチルO-4-ニトロ-m-トリルホスホロチオエート、O-エチルO-4-ニトロフェニルフェニル

カーバメイト)、ジメチルプロピレンビス(ジチオカーバメート)の重合物のようなジチオカーバメート系化合物; 3a, 4, 7, 7a-テトラヒドロ-N-(トリクロロメチルスルフェニル)フタルイミド、3a, 4, 7, 7a-テトラヒドロ-N-(1, 1, 2, 2-テトラクロロエチルスルフェニル)フタルイミド、N-(トリクロロメチルスルフェニル)フタルイミドのようなN-ハロゲンチオアルキル系化合物; 3-(3, 5-ジクロロフェニル)-N-イソプロピル-2, 4-ジオキソイミダゾリジン-1-カルボキサミド、(RS)-3-(3, 5-ジクロロフェニル)-5-メチル-5-ビニル-1, 3-オキサゾリジン-2, 4-ジオン、N-(3, 5-ジクロロフェニル)-1, 2-ジメチルシクロプロパン-1, 2-ジカルボキシミドのようなジカルボキシミド系化合物; メチル1-(ブチルカルバモイル)ベンズイミダゾール-2-イルカーバメート、ジメチル4, 4'-(o-フェニレン)ビス(3-チオアロファネート)のようなベンズイミダゾール系化合物; 1-(4-クロロフェノキシ)-3, 3-ジ

メチル-1-(1H-1, 2, 4-トリアゾール-1-イル)ブタノン、1-(ビフェニル-4-イルオキシ)-3, 3-ジメチル-1-(1H-1, 2, 4-トリアゾール-1-イル)ブタン-2-オール、1-(N-(4-クロロ-2-トリフルオロメチルフェニル)-2-プロボキシアセトイミドイル)イミダゾール、1-(2-(2, 4-ジクロロフェニル)-4-エチル-1, 3-ジオキソラン-2-イルメチル)-1H-1, 2, 4-トリアゾール、1-(2-(2, 4-ジクロロフェニル)-4-プロピル-1, 3-ジオキソラン-2-イルメチル)-1H-1, 2, 4-トリアゾール、1-(2-(2, 4-ジクロロフェニル)ベンチル)-1H-1, 2, 4-トリアゾールのようなアゾール系化合物; 2, 4'-ジクロロ- α -(ピリジン-5-イル)ベンズヒドリルアルコール、(±)-2, 4'-ジフルオロ- α -(1H-1, 2, 4-トリアゾール-1-イルメチル)ベンズヒドリルアルコールのようなカルピノール系化合物; 3'-イソプロボキシ- α -トリアニリド、 α , α , α -トリフルオ

ロ-3'-イソプロボキシ- α -トリアニリドのようなベンズアニリド系化合物; メチルN-(2-メトキシアセチル)-N-(2, 6-キシリル)-DL-アラニネートのようなフェニルアミド系化合物; 3-クロロ-N-(3-クロロ-2, 6-ジニトロ-4- α , α , α -トリフルオロトリル)-5-トリフルオロメチル-2-ビリジナミンのようなビリジナミン系; またその他の化合物として、ビペラジン系化合物、モルフォリン系化合物、アントラキノン系化合物、キノキサリン系化合物、クロトン酸系化合物、スルフェン酸系化合物、尿素系化合物、抗生物質などが挙げられる。

本発明の有害生物防除剤の施用は、一般に1~20,000ppm 望ましくは20~2,000ppmの有効成分濃度で行なう。これらの有効成分濃度は、製剤の形態及び施用する方法、目的、時期、場所及び害虫の発生状況等によって適宜に変更できる。例えば、水生有害虫の場合、上記濃度範囲の薬液を発生場所に散布しても防除できることから、水中での有効成分濃度範囲は上記以下である。単位面積

あたりの施用量は10a当り、有効成分化合物として約0.1~5,000g、好ましくは10~1,000gが使用される。しかし、特別の場合には、これらの範囲を逸脱することも可能である。

本発明の化合物を含有する種々の製剤、またはその希釈物の施用は、通常一般に行なわれている施用方法すなわち、散布(例えば散布、噴霧、ミスティング、アトマイジング、散粒、水面施用等)、土壌施用(混入、灌注等)、表面施用(塗布、粉衣、被覆等)、浸漬毒餌等により行うことができる。また、家畜に対して前記有効成分を飼料に混合して与え、その排泄物での有害虫、特に有害昆虫の発生生育を防除することも可能である。またいわゆる超高濃度少量散布法(ultra lowvolume)により施用することもできる。この方法においては、活性成分を100%含有することが可能である。

試験例1 ヒメトビウソカ殺虫試験

有効成分濃度800ppmに調整した薬液にイネ幼苗を約10秒間浸漬し、風乾した後湿った脱脂

綿で根部を包んで試験管に入れた。次いで、この中へヒメトビウカの幼虫10頭を放ち、管口にガーゼでふたをして26℃の照明付恒温器内に放置した。放虫後5日目に生死を判定し、下記の計算式により死虫率を求めた。

$$\text{死虫率 (\%)} = \frac{\text{死虫数}}{\text{放虫率}} \times 100$$

化合物№1、2、4、6及び8が100%の死虫率を示した。

試験例2 ツマグロヨコバイ殺虫試験

ヒメトビウカの幼虫をツマグロヨコバイの幼虫に代えること以外は、前記試験例1の場合と同様にして試験を行ない、死虫率を求めた。

化合物№1、2、4、6、7及び8が100%の死虫率を示した。

試験例3 モモアカアブラムシ殺虫試験

有効成分化合物のそれぞれの製剤品を水に分散させ、濃度を800ppmに調整した。ナスの本葉1枚だけを残したものをカップ（直径8cm、高さ7cm）に移植し、これにモモアカアブラムシ無翅

器内に放置した。処理5日後に生死を判定し、前記試験例3の場合と同様にして死虫率を求めた。なお、離脱虫は死亡したものとみなした。

化合物№1、2、4、6、7及び8が100%の死虫率を示した。

試験例5 ハスモンヨトウ殺虫試験

有効成分化合物のそれぞれの製剤品を水に分散させ800ppmの濃度に調整した薬液に、キャベツの葉片を約10秒間浸漬し、風乾した。直径9cmのベトリ皿に湿った濾紙を敷き、その上に風乾した葉片を置いた。そこへ2～3令のハスモンヨトウ幼虫10頭を放ち、ふたをして26℃の照明付恒温器内に放置した。放虫後5日目に生死を判定し、前記試験例1の場合と同様にして死虫率を求めた。

化合物№1、6及び8が100%の死虫率を示した。

次に本発明の製剤例を記載するが、本発明における化合物、配合割合、剤型などは記載例のみに限定されるものではない。

胎生雌成虫を2～3頭接種し、産仔させた。接種2日後成虫を除去し、幼虫数をかぞえた。この幼虫の寄生したナス葉を前記の濃度に調整した薬液に約10秒間浸漬処理し、風乾後26℃の照明付恒温器内に放置した。放虫後5日目に生死を判定し、下記の計算式により死虫率を求めた。なお、離脱虫は死亡したものとみなした。

$$\text{死虫率 (\%)} = \frac{\text{死虫数}}{\text{処理虫数}} \times 100$$

化合物№1、2、4、6、7及び8が100%の死虫率を示した。

試験例4 モモアカアブラムシ浸透移行性試験

有効成分化合物のそれぞれの製剤品を水に分散させ、濃度を800ppmに調整した。ナスの本葉1枚だけを残したものをカップ（直径8cm、高さ7cm）に移植し、これにモモアカアブラムシ無翅胎生雌成虫を2～3頭接種し、産仔させた。接種2日後成虫を除去し、幼虫数をかぞえた。この幼虫の寄生したナスに、前記の濃度に調整した薬液10mlを土壌灌注処理し、26℃の照明付恒温

製剤例1

(イ) 化合物№4	20重量部
(ロ) カオリン	72重量部
(ハ) リグニンスルホン酸ソーダ	8重量部

以上のものを均一に混合して水和剤とする。

製剤例2

(イ) 化合物№1	5重量部
(ロ) タルク	95重量部

以上のものを均一に混合して粉剤とする。

製剤例3

(イ) 化合物№2	20重量部
(ロ) N,N'-ジメチルホルムアミド	20重量部
(ハ) ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル	10重量部
(ニ) キシレン	50重量部

以上のものを均一に混合、溶解して乳剤とする。

製剤例4

(イ) カオリン	68重量部
(ロ) リグニンスルホン酸ソーダ	2重量部

特開平3-279359 (10)

(ハ) ポリオキシエチレンアルキルアリーールサルフェート 5重量部
 (ニ) 微粉シリカ 2.5重量部
 以上の各成分の混合物と、化合物№4とを4:1の重量割合で混合し、水和剤とする。

製剤例5

(イ) 化合物№8 4.0重量部
 (ロ) オキシレーテッドポリアルキルフェノールフォスフェートトリエタノールアミン 2重量部
 (ハ) シリコーン 0.2重量部
 (ニ) ザンサンガム 0.1重量部
 (ホ) エチレングリコール 5重量部
 (ヘ) 水 52.7重量部
 以上のものを均一に混合、粉砕してフロアブル剤とする。

製剤例6

(イ) 化合物№6 5.0重量部
 (ロ) オキシレーテッドポリアルキルフェニル

製剤例8

(イ) 化合物№8 2.5重量部
 (ロ) N-メチル-2-ピロリドン 2.5重量部
 (ハ) 大豆油 95.0重量部
 以上のものを均一に混合、溶解して微量散布剤 (ultra low volume formulation) とする。

製剤例9

(イ) 化合物№4 5重量部
 (ロ) N,N'-ジメチルホルムアミド 1.5重量部
 (ハ) ポリオキシエチレンアルキルアリーール (aryl) エーテル 1.0重量部
 (ニ) キシレン 7.0重量部
 以上のものを均一に混合し乳剤とする。

フォスフェートトリエタノールアミン 2重量部

(ハ) シリコーン 0.2重量部
 (ニ) 水 47.8重量部
 以上のものを均一に混合、粉砕した原液に更に
 (ホ) ポリカルボン酸ナトリウム 5重量部
 (ヘ) 無水硫酸ナトリウム 42.8重量部
 を加え均一に混合、乾燥してドライフロアブル剤とする。

製剤例7

(イ) 化合物№7 5重量部
 (ロ) ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル 1重量部
 (ハ) ポリオキシエチレンの橋酸エステル 0.5重量部
 (ニ) 粒状炭酸カルシウム 93.5重量部
 (イ) ~ (ハ) を予め均一に混合し、適量のアセトンで希釈した後、(ニ) に吹付け、アセトン除去して粒剤とした。

特許出願人 石原産業株式会社

第1頁の続き

②発明者	吉田	深充	滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号	石原産業株式会社中央研究所内
②発明者	佐々木	広志	滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号	石原産業株式会社中央研究所内
②発明者	森田	雅之	滋賀県草津市西渋川2丁目3番1号	石原産業株式会社中央研究所内

THIS PAGE BLANK (USPTO)